

**Composition comprising isostearyl glycoside and isostearyl alcohol used to improve the water resistance of cosmetic compositions**

**Patent Assignee:** SEPPIC SOC EXPL PROD IND CHIM

**Inventors:** ALMARIC C; BOITEUX J; BRANCQ B; MICHEL N; MILIUS A; ROSO A; AMALRIC C; BOITEUX J P

#### Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
WO 200059455	A1	20001012	WO 2000FR777	A	20000329	200103	B
<b>FR 2791565</b>	A1	20001006	FR 993951	A	19990330	200103	
EP 1165018	A1	20020102	EP 2000915234	A	20000329	200209	
			WO 2000FR777	A	20000329		

Priority Applications (Number Kind Date): FR 993951 A ( 19990330)

#### Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
WO 200059455	A1	F	25	A61K-007/00	
Designated States (National): JP US					
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE					
FR 2791565	A1			A61K-007/48	
EP 1165018	A1	F		A61K-007/00	Based on patent WO 200059455
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE					

#### Abstract:

WO 200059455 A1

**NOVELTY** A mixture comprising 10-90 (preferably 10-50) wt. % of an isostearyl glycoside with a degree of polymerisation of 1-3 and 90-10 (preferably 90-60) wt. % isostearyl alcohol is used to improve the water resistance of a cosmetic composition.

USE The composition can be incorporated into cosmetic compositions such as sun screens, baby care compositions, mascaras, etc., to increase their resistance to water.

ADVANTAGE The compositions can be incorporated into the cosmetic composition by simple mixing; do not have an adverse effect on the stability of the emulsion; do not exhibit exudation of the oil phase of the emulsion; and impart improved water resistance to the cosmetic composition so that it better retains its efficiency after contact with water.

pp; 25 DwgNo 0/0

Technology Focus:

TECHNOLOGY FOCUS - ORGANIC CHEMISTRY - The agent is incorporated into cosmetic compositions in an amount e.g. of 0.2-10 (0.5-5) wt. % on total weight of the composition. The cosmetic composition may be in the form of a water-in-oil emulsion, an oil-in-water emulsion, or a water-in-oil-in-water emulsion.

Derwent World Patents Index

© 2002 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 13540229

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 791 565

②① N° d'enregistrement national : 99 03951

⑤① Int Cl<sup>7</sup> : A 61 K 7/48, A 61 K 7/42, 7/032

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 30.03.99.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 06.10.00 Bulletin 00/40.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SOCIÉTÉ D'EXPLOITATION DE PRO-  
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC  
Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : MILIUS ALAIN, MICHEL NELLY,  
BRANCO BERNARD, BOITEUX JEAN PIERRE, AMA-  
LRIC CHANTAL et ROSO ALICIA.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤④ UTILISATION D'UNE COMPOSITION A BASE D'ISOSTEARYLGLYCOSIDE ET D'ALCOOL ISOSTEARYLIQUE  
COMME AGENT AMÉLIORANT LA RÉSISTANCE A L'EAU D'UNE COMPOSITION COSMÉTIQUE.

⑤⑦ La présente invention a pour objet l'utilisation d'une  
composition comprenant:

- 10 à 90 % en poids, et de préférence 10 à 50 % en  
poids, d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymé-  
risation compris entre 1 et 3; et

- 90 à 10 % en poids, et de préférence 90 à 50 % en  
poids, d'alcool isostéarylique;

comme agent améliorant la résistance à l'eau d'une  
composition cosmétique.

FR 2 791 565 - A1



La présente invention concerne essentiellement l'utilisation de compositions à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique pour la fabrication de compositions cosmétiques présentant une résistance à l'eau améliorée.

On sait que les compositions cosmétiques se présentant notamment sous la forme d'émulsions huile-dans-eau, eau-dans-huile ou eau-dans-huile-dans-eau, présentent une résistance à l'eau relativement insuffisante.

On a constaté par exemple que l'efficacité de formulations solaires, de mascaras ou de produits de soins pour bébés, diminue de façon importante après un contact avec de l'eau.

Différentes solutions ont été proposées dans l'état de la technique pour remédier à cet inconvénient et prolonger l'action dans le temps de telles compositions.

Ainsi, un premier moyen permettant d'augmenter la résistance à l'eau des compositions cosmétiques consiste à y introduire, en une dose généralement comprise entre 1 et 5 %, divers polymères hydrophobes et plus particulièrement des copolymères vinyliques tels que les produits commercialisés sous les dénominations ANTARON<sup>®</sup> ou GANEX<sup>®</sup>; les copolymères acryliques de haut poids moléculaire, comme par exemple le produit commercialisé sous la dénomination DERMACRYL<sup>®</sup> LT,79 par la société NATIONAL STARCH; ou les polymères d'origine végétale tels que le produit commercialisé sous la dénomination GLOSSAMER<sup>®</sup> par la société TRI-K.

Les polymères et copolymères ainsi utilisés comme agents améliorant la résistance à l'eau des compositions cosmétiques, se présentent généralement sous une forme pâteuse ou solide, de sorte que ces produits sont relativement difficiles à manipuler et doivent être introduits obligatoirement dans une phase préalablement chauffée à 80°C.

Ainsi, les produits ANTARON<sup>®</sup> doivent être fondus et introduits dans la phase grasse sous agitation jusqu'à dissolution et avant incorporation au reste de l'émulsion. De plus, ils doivent être mis en oeuvre dans des conditions de HLB (balance hydrophile-lipophile) très précises, et de préférence en présence d'émulsionnants anioniques.

Par ailleurs, les produits de type DERMACRYL<sup>®</sup> doivent être neutres au minimum à 80 % avec une quantité de base appropriée et doivent

être ajoutés lentement sous agitation. Il est également possible de les introduire dans des compositions cosmétiques sans neutralisation préalable, mais il est alors nécessaire de les solubiliser soit dans des alcools, soit dans de l'éthanol.

Par conséquent, il apparaît que l'utilisation de polymères et de  
5 copolymères en tant qu'agents améliorant la résistance à l'eau de compositions cosmétiques présente en pratique des difficultés de mise en oeuvre qui en ont limité l'intérêt.

Un second moyen permettant d'améliorer la résistance à l'eau de compositions cosmétiques, consiste à y incorporer des quantités importantes  
10 (supérieures à 40 % en poids) de phase grasse contenant des huiles minérales classiques et des phases silicones telles que des gommes silicones et en particulier les polydiméthylsiloxanes de haut poids moléculaire (cyclométhicone/diméthiconol), des résines silicones (diméthicone/triméthyl-siloxysilicate) ou encore des produits de type phényl triméthicone.

15 L'incorporation de telles quantités de phase grasse pose des problèmes délicats en ce qui concerne la stabilisation des émulsions préparées, en particulier en température. On observe en outre des phénomènes d'exsudation d'huile dans le temps qui ne sont pas acceptables s'agissant d'applications cosmétiques.

De plus, l'utilisation de telles quantités de phase grasse augmente  
20 considérablement le coût de ces émulsions.

D'une façon générale, tous les moyens qui ont été envisagés dans l'état de la technique à ce jour, pour améliorer la résistance à l'eau de compositions cosmétiques conduisent à des émulsions difficiles à étaler avec un toucher gras et collant.

25 Dans ces conditions, la présente invention a pour but de résoudre le problème technique consistant en la fourniture de nouvelles compositions cosmétiques présentant une résistance à l'eau améliorée, qui puissent être obtenues de façon relativement aisée et peu coûteuse, qui soient facile à étaler et qui présentent un toucher agréable.

30 Il a été découvert, et ceci constitue le fondement de la présente invention, que certaines compositions à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylrique peuvent être utilisées, pour résoudre le problème technique précité, en tant qu'agent améliorant la résistance à l'eau de compositions cosmétiques variées.

35 Ainsi, selon un premier aspect, la présente invention a pour objet l'utilisation d'une composition comprenant 10 à 90 % en poids, et de préférence

10 à 50 % en poids, d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3 ; et 90 à 10 % en poids, et de préférence 90 à 50 % en poids, d'alcool isostéarylique, comme agent améliorant la résistance à l'eau d'une composition cosmétique.

5 L'originalité de la présente invention, par rapport à l'état de la technique antérieur, réside dans le fait qu'elle permet d'obtenir des compositions cosmétiques présentant une résistance à l'eau améliorée, sans altération ni de la facilité d'étalement, ni des propriétés sensorielles (toucher léger, caractère non collant) de ces compositions.

10 Les compositions à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylique utilisées dans le cadre de la présente invention se présentent généralement sous forme liquide. De ce fait, elles sont particulièrement faciles à utiliser et ne nécessitent aucune précaution particulière de mise en oeuvre. En particulier, ces compositions peuvent être mises en oeuvre à froid et sans agent  
15 stabilisant additionnel.

Dans le cadre de la présente description, on entend désigner par l'expression "isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3", des composés de formule :



20 dans laquelle :

R représente un radical isostéaryle,

x représente un nombre compris entre 1 et 3 ; et

G représente un reste de glycopyranose ou glycofuranose réducteur et de préférence un reste de glucose.

25 Avantageusement, le degré de polymérisation représenté par x est compris entre 1,05 et 2,5 et de préférence entre 1,1 et 2.

Les isostéarylglycosides utilisés dans le cadre de la présente invention ne sont pas toujours purs.

Ils peuvent en effet contenir en outre des proportions mineures de  
30 composés de même nature dont les radicaux alkyles comportent une chaîne plus longue et/ou plus courte, de tels composés provenant notamment des alcools gras généralement d'origine naturelle ou synthétique utilisés comme matière de départ pour la synthèse de ces composés.

Par "proportion mineure", on entend une quantité cumulée maximale  
35 "d'impuretés" de 5 % en poids, et de préférence de 1 % en poids rapporté au poids total des alkylglycosides précités.

Les compositions à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylique utilisées comme agent permettant d'améliorer la résistance à l'eau dans le cadre de la présente invention peuvent être préparées par simple mélange de leurs constituants en des proportions prédéterminées souhaitées.

5 A l'échelle industrielle, on les préparera de préférence selon l'une des deux voies classiquement utilisées pour la synthèse des alkylpolyglycosides, et notamment par réaction en milieu acide entre l'alcool isostéarylique et un saccharide disposant d'un groupement OH anomérique tel que le glucose ou le dextrose.

10 De telles voies de synthèse sont bien connues, et ont été largement décrites dans la littérature et en particulier dans les documents WO 92/06778, WO 97/02091 ou WO 97/18033.

Le cas échéant, cette synthèse pourra être complétée par des opérations de neutralisation, de filtration, de distillation ou d'extraction partielle  
15 de l'alcool gras en excès ou de décoloration.

Selon une caractéristique particulière de l'invention, les compositions améliorant la résistance à l'eau précitée comprennent 10 à 25 % en poids d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3 ; et 90 à 75 % en poids, d'alcool isostéarylique.

20 Avantageusement, ces compositions améliorant la résistance à l'eau seront utilisées en une quantité comprise entre 0,2 et 10 % en poids, de préférence entre 0,5 et 5 % en poids rapporté au poids total de la composition cosmétique.

Les compositions cosmétiques présentant une résistance à l'eau améliorée susceptibles d'être obtenues dans le cadre de la présente invention,  
25 peuvent se présenter sous des formes variées, et en particulier sous la forme d'émulsions eau-dans-huile, huile-dans-eau, eau-dans-huile-dans-eau.

Ces émulsions pourront être préparées par les méthodes classiques décrites dans l'état de la technique, par exemple, par simple dispersion d'une phase grasse, dans une phase hydrophile, dans le cas des émulsions huile-dans-eau ou  
30 par simple dispersion d'une phase hydrophile dans une phase grasse, dans le cas d'une émulsion eau-dans-huile, ces opérations étant réalisées en présence d'un système émulsionnant et éventuellement d'un co-émulsionnant et/ou d'un stabilisant, la dispersion pouvant être réalisée à froid étant donné la nature liquide de la composition à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylique utilisée  
35 comme agent améliorant la résistance à l'eau.

Bien entendu, ces émulsions peuvent en outre comprendre un ou plusieurs composés choisis parmi les humectants, comme par exemple la glycérine, les conservateurs comme par exemple les produits connus sous la dénomination SEPICIDE<sup>®</sup>, les colorants, les parfums, les actifs cosmétiques, les  
5 filtres solaires minéraux ou organiques, les charges minérales comme les oxydes de fer, les oxydes de titane et le talc, les charges synthétiques comme les nylons et les micropearls et les extraits de plantes.

Ces derniers composés pourront être introduits dans la phase hydrophile ou dans la phase grasse, selon leur affinité pour ces phases, soit au  
10 cours de la phase de dispersion précitée soit éventuellement ultérieurement.

En ce qui concerne la nature des huiles susceptibles d'être utilisées en tant que phase grasse, on pourra se reporter à l'état de la technique et notamment aux documents brevets précités.

Selon un second aspect, la présente demande vise à couvrir un procédé  
15 pour améliorer la résistance à l'eau d'une composition cosmétique, essentiellement caractérisé en ce qu'il consiste à incorporer à ladite composition cosmétique une quantité efficace d'un agent améliorant la résistance à l'eau à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique tel que défini précédemment.

L'invention sera illustrée plus en détail par les exemples suivants,  
20 donnés uniquement à titre illustratif.

Dans ces exemples, et sauf indication contraire, les pourcentages sont exprimés en poids et la température est la température ambiante.

### **EXEMPLE 1**

25 Procédé de préparation d'une composition à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique utile comme agent améliorant la résistance à l'eau d'une composition cosmétique.

On introduit dans un réacteur polyvalent de l'alcool isostéarylique (produit commercialisé par la Société UNICHEMA sous la dénomination  
30 PRISORINE®3515, ou par la société HENKEL sous la dénomination SPEZIOL C18 ISO).

On introduit également dans le réacteur du glucose, de sorte que le rapport molaire entre l'alcool isostéarylique et le glucose soit de : 6/1.

On fait ensuite réagir le glucose avec l'alcool gras pendant 6 heures à  
35 une température d'environ 100°C, en présence d'un catalyseur acide sous vide partiel.

Après réaction, on neutralise le catalyseur au moyen d'une base.

La composition obtenue qui se présente sous la forme d'un liquide comprend :

- 83,9 % d'alcool isostéarylique,
- 5 - 16,1 % d'isostéarylglycoside.

## **EXEMPLE 2**

**Mise en évidence des propriétés des compositions à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylique en tant qu'agent améliorant la résistance à l'eau d'une composition cosmétique.**

Pour mettre en évidence les propriétés remarquables des compositions à base d'isostéarylglycoside et d'alcool isostéarylique utilisées dans le cadre de la présente invention, on a réalisé le test d'évaluation de la résistance à l'eau suivant.

Un film d'émulsion d'épaisseur constante est appliqué sur une plaque de verre à l'aide d'un applicateur pour film d'ouverture 120µm.

La couleur et couvrance du film sont mesurées une première fois ( sur un fond noir) après un temps de séchage de 30 minutes à l'aide d'un chromamètre Minolta système L,a,b.

La plaque de verre est ensuite immergée pendant 20 min dans de l'eau à 25°C avec un système d'agitation continu.

Après séchage du film (30 min) l'uniformité du film est noté :

+ : si couverture homogène ;

- : si présence de zones blanches sans émulsion (élimination complète de l'émulsion).

On procède en outre à la lecture en système L,a,b.

Les valeurs L , a , b (moyennes de 5 essais) sont additionnées et on calcule le pourcentage de film résiduel après immersion selon la formule :

$$\% \text{ film résiduel} = \frac{L + a + b \text{ (avant immersion)}}{L' + a' + b' \text{ (après immersion)}} \times 100$$

A titre complémentaire, une évaluation sensorielle a été réalisée par un panel composé de sept personnes expérimentées.

La texture des émulsions a été évaluée par étalement sur le dos de la main d'une quantité d'émulsion d'environ 0,2 g en retenant les critères d'appréciation suivant :

- difficulté d'étalement,

- sensation grasse,
- effet collant.

Plusieurs types d'émulsions ont été évaluées.

## 5 **A. EMULSIONS HUILE-DANS-EAU**

Les émulsions ayant fait l'objet de ces évaluations ont été préparées en suivant le mode opératoire suivant :

- a) on chauffe à environ 75°C une composition "A" (phase grasse);
- b) on chauffe à environ 75°C une composition "B" (phase aqueuse);
- 10 c) on broye une composition "C" (pigment) au moyen d'un broyeur à billes ;
- e) on ajoute la composition "C" ainsi broyée à la composition "B" à environ 75°C ;
- f) on émulsionne à environ 75°C la composition "A" dans la
- 15 composition résultant du mélange obtenu à l'étape e) ;
- g) on ajoute une composition "D" au mélange ainsi formé à environ 75°C ;
- h) au cours du refroidissement du mélange ainsi obtenu, on ajoute une composition "E" (conservateur, parfum) à environ 40°C.

20 En suivant ce protocole expérimental, six émulsions de type huile-dans-eau ont été préparées.

Les compositions qualitatives et quantitatives de ces émulsions sont données dans le tableau I ci-après :

**TABLEAU I**

COMPOSITION EVALUEE	A	B	C	D	E	F
<b>Phase A</b>						
Glyceryl stearate / PEG-100 stearate	6%	6%	6%	6%	6%	6%
Agent testé	3%	0%	3%	0%	3%	3%
Palmitate de glycol	2%	2%	2%	5,5%	2%	2%
Isononanoate d'isononyle	4%	4%	4%	11,5%	4%	4%
Caprilic/ capric triglycerides	4%	4%	4%	11,5%	4%	4%
Cyclomethicone	4%	4%	4%	11,5%	4%	4%
DC 556	-	-	-	10%	-	-
<b>Phase B</b>						
Gomme xanthane	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%
EDTA	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%
Polyméthylmethacrylate	2%	2%	2%	2%	2%	2%
Eau	qsp100%	qsp100%	qsp100%	qsp100%	qsp100%	qsp100%
<b>Phase C</b>						
Butylène glycol	4%	4%	4%	4%	4%	4%
PEG 400	4%	4%	4%	4%	4%	4%
Oxyde de titane	7%	7%	7%	7%	7%	7%
Talc	2%	2%	2%	2%	2%	2%
Oxyde de fer jaune	0,8%	0,8%	0,8%	0,8%	0,8%	0,8%
Oxyde de fer rouge	03%	03%	03%	03%	03%	03%
Oxyde de fer noir	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%
<b>Phase D</b>						
C13-14 isoparaffin/ polyacrylamide / laureth-7	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%
<b>Phase E</b>						
Parfum	qs	qs	qs	qs	qs	qs
conservateur	qs	qs	qs	qs	qs	qs

La composition A a été réalisée en utilisant la composition de l'exemple 1 à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique en tant qu'agent destiné à améliorer la résistance à l'eau (agent testé).

Les compositions B à F ont été réalisées à titre de comparaison.

La composition B est une composition identique à la composition A si ce n'est qu'elle ne contient pas de composition à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique.

La composition C est une composition identique à la composition A, dans laquelle on a incorporé un agent améliorant la résistance à l'eau préconisé dans l'état de la technique, à savoir le produit ANTARON® WP-660 (Tricontanyl PVP) en lieu et place de la composition de l'exemple 1.

La composition D est une composition comportant 50 % en poids de phase grasse préparée en conservant des proportions analogues à la formule A, et en incorporant 10 % de Phényl Triméthicone (produit connu sous la dénomination DC 556 commercialisé par la société DOW CORNING).

- 5 La composition E est identique à la composition A si ce n'est que la composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique a été remplacée par une composition de type MONTANOV® 68, comportant un mélange d'alkylpolyglycosides dont les chaînes grasses comprennent 16 et 18 atomes de carbone, ainsi qu'un mélange d'alcools gras de même longueur de chaîne préparée en suivant le protocole expérimental décrit à l'exemple 1 du document WO 92/06778.

- 10 La composition F est identique à la composition A si ce n'est que la composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique a été remplacée par une composition, comportant un mélange d'alkylpolyglycosides dont les chaînes grasses comprennent 16 et 18 atomes de carbone, ainsi qu'un mélange d'alcools gras de même longueur de chaîne préparée en suivant le protocole expérimental décrit à l'exemple 4 du document WO 97/02091.

Les résultats des tests d'évaluation réalisés sur ces émulsions ont été regroupés dans le tableau II ci-après :

20

**TABLEAU II**

COMPOSITIONS	A	B	C	D	E	F
<b>Stabilité</b>	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Exsudation d'huile à TA, déphasage à 40°C et 50°C à 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois
<b>Evaluation sensorielle</b> étalement gras collant	Très facile Peu gras Non collant	Très facile Peu gras Non collant	Très difficile Très gras Très collant	Assez facile Très gras Très collant	Très facile Peu gras Non collant	Très facile Peu gras Non collant
<b>Uniformité du film après immersion % film résiduel</b>	+	- Non mesurable	+	+	- Non mesurable	- Non mesurable

Comme le montrent les résultats donnés au tableau II, la composition de l'exemple 1 à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique permet d'améliorer la résistance à l'eau de l'émulsion huile-dans-eau réalisée, le film déposé conservant 60 % de son intégrité après immersion, tout en conservant de  
5 très bonnes propriétés sensorielles.

On remarque que les émulsions réalisées conformément à l'état de la technique connu, incorporant un copolymère vinylique (exemple C) ou une quantité importante de phase grasse comprenant de la phényl triméthicone (composition D) présentent une bonne résistance à l'eau mais des propriétés  
10 sensorielles dégradées (toucher gras et collant).

Les résultats obtenus avec les compositions E et F à base d'alkylpolyglucosides en C<sub>16</sub> et C<sub>18</sub> montrent la spécificité des compositions à base d'isostéarylglucosides vis à vis de l'effet recherché.

Des essais complémentaires dont les résultats ne sont pas reportés ici  
15 ont montré que les compositions à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique permettent d'améliorer la résistance à l'eau des compositions cosmétiques sous forme d'émulsion dès la quantité de 0,2 % en poids, les propriétés sensorielles étant maintenues jusqu'à une dose d'utilisation de ces compositions d'environ 10 % en poids.

20

### **B. EMULSIONS EAU-DANS-HUILE**

Les émulsions ayant fait l'objet de ces évaluations ont été préparées en suivant le protocole suivant :

- a) on chauffe à environ 75°C une composition "A" (phase grasse);
- 25 b) on chauffe à environ 75°C une composition "B" (phase aqueuse);
- c) on broie une composition "C" (pigment) au moyen d'un broyeur à billes ;
- e) on ajoute la composition "C" ainsi broyée à la composition "B" à environ 75°C ;
- 30 f) on émulsionne à environ 75°C la composition résultant du mélange obtenu à l'étape e) dans la composition "A";
- g) au cours du refroidissement du mélange ainsi obtenu, on ajoute une composition "D" (conservateur, parfum) à environ 40°C.

En suivant ce protocole expérimental, 4 émulsions de type eau-dans-huile  
35 ont été préparées, les compositions qualitatives et quantitatives de ces émulsions de type eau-dans-huile sont données dans le tableau III ci-après :

**TABLEAU III**

COMPOSITION EVALUEE	A	B	C	D
<u>Phase A</u>				
MONTANE® 481	6%	6%	6%	6%
Agent testé	3%	0%	3%	0%
Huile de paraffine	30%	30%	30%	31,6%
Caprilic/ capric triglycerides	4%	4%	4%	4,2%
Cyclomethicone	4%	4%	4%	4,2%
DC 556	-	-	-	10%
<u>Phase B</u>				
MgSO4	0,7 %	0,7 %	0,7 %	0,7 %
Eau	qsp100%	qsp100%	qsp100%	qsp100%
<u>Phase C</u>				
Butylène glycol	4%	4%	4%	4%
PEG 400	4%	4%	4%	4%
Oxyde de titane	7%	7%	7%	7%
Talc	2%	2%	2%	2%
Oxyde de fer jaune	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%
Oxyde de fer rouge	0.3%	0.3%	0.3%	0.3%
Oxyde de fer noir	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%
<u>Phase D</u>				
Parfum	qs	qs	qs	qs
conservateur	qs	qs	qs	qs

5 La composition A a été réalisée en utilisant la composition de l'exemple 1 à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique en tant qu'agent destiné à améliorer la résistance à l'eau (agent testé).

Les compositions B à D ont été réalisées à titre de comparaison.

10 La composition B est une composition identique à la composition A si ce n'est qu'elle ne contient pas de composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique.

15 La composition C est une composition identique à la composition A, dans laquelle on a incorporé un agent améliorant la résistance à l'eau préconisé dans l'état de la technique, à savoir le produit ANTARON® WP-660 (Tricontanyl PVP) en lieu et place de la composition de l'exemple 1.

La composition D est une composition comportant 50 % en poids de phase grasse préparée en conservant des proportions analogues à la formule A, et en incorporant 10 % de Phényl Triméthicone (produit connu sous la dénomination DC 556 commercialisé par la société DOW CORNING).

- 5 Les résultats des tests d'évaluation réalisés sur ces émulsions ont été regroupés dans le tableau IV ci-après :

**TABLEAU IV**

COMPOSITIONS	A	B	C	D
<u>Stabilité</u>	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Stable TA / 40 / 50°C > 1 mois	Exsudation d'huile à TA, déphasage à 40°C et 50°C à 1 mois
<u>Evaluation sensorielle</u> étalement gras collant	Facile Très gras Très collant	Très difficile Très gras Collant	Très difficile Très gras Très collant	Très difficile Très gras Très collant
Uniformité du film après immersion % film résiduel	+ 91%	+ 80%	+ 88%	+ 86%

10

Comme le montrent les résultats donnés au tableau IV, la composition de l'exemple 1 à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique permet d'améliorer la résistance à l'eau de l'émulsion eau-dans-huile réalisée, le film déposé conservant 91 % de son intégrité après immersion.

15

En outre, l'émulsion obtenue à l'aide de la composition de l'exemple 1 présente une facilité d'étalement remarquable, contrairement aux autres émulsions réalisées conformément à l'état de la technique connue.

20

On remarque en particulier que les émulsions réalisées conformément à l'état de la technique connue, incorporant un copolymère vinylique (exemple C) ou une quantité importante de phase grasse comprenant de la phényl triméthicone (composition D) présentent une bonne résistance à l'eau mais sont très difficiles à étaler.

25

Des essais complémentaires dont les résultats ne sont pas reportés ici ont montré que les compositions à base d'isostéarylglucoside et d'alcool isostéarylique permettent d'améliorer la résistance à l'eau des compositions cosmétiques sous forme d'émulsion dès la quantité de 0,2 % en poids, les

propriétés sensorielles étant maintenues jusqu'à une dose d'utilisation de ces compositions d'environ 10 % en poids.

5 **EXEMPLES DE COMPOSITIONS COSMETIQUES PRESENTANT UNE  
RESISTANCE A L'EAU AMELIOREE OBTENUES SELON  
L'INVENTION.**

**A. EMULSION HUILE-DANS-EAU**

Cette émulsion a été préparée selon le mode opératoire suivant :

- 10 a) on chauffe à 70°-75°C une composition "A" (phase grasse) contenant une composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique (produit de l'exemple 1) ;  
b) on chauffe à 70-75°C une composition "B" (phase aqueuse) ;  
c) on forme une émulsion huile-dans-eau en dispersant la phase grasse "A" dans la  
15 phase aqueuse "B" au moyen d'un agitateur de type SILVERSON 4'-4000 rpm ;  
d) on refroidit sous ancre ;  
e) au cours du refroidissement, on ajoute une composition "C" (conservateur) vers 60°C, et une composition "D" (parfum) vers 30°C.

20 **CRÈME SOLAIRE**

**A**

Composition de l'exemple 1	3%
SIMULSOL® 165	6%
PECOSIL® PS100	2%
25 C12-C15 alkyl benzoate	10%
triglyceride 5545	8%
oxyde de titane micronisé avec coating	10%
benzophenone-3	5%
octocrylène	5%
30 glycerine	4%

**B**

eau	qsp 100%
SEPICALM® S	2%

35

C

SIMULGEL® A	1%
cyclomethicone	5%
SEPICIDE ®HB	1%

5

D

Parfum	0.2%
--------	------

**B. EMULSIONS EAU -DANS-HUILE**

10

**CRÈME SOLAIRE**

Cette émulsion a été préparée selon le mode opératoire suivant :

- a) on chauffe à 70°-75°C une composition "A" (phase grasse) contenant une composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylique (produit de l'exemple 1) ;
- b) on chauffe à 70-75°C une composition "B" (phase aqueuse) ;
- c) on forme une émulsion eau-dans-huile en dispersant la phase aqueuse "B" dans la phase grasse "A" au moyen d'un agitateur de type SILVERSON 4'-4000 rpm ;
- d) on refroidit sous ancre ;
- e) au cours du refroidissement, on ajoute une composition "C" (conservateur, parfum) vers 30°C.

15

20

A

Composition de l'exemple 1	8%
squalane	30%
ELFACOS® ST9	1%
silice hydrophobe	1%
oxyde de titane micronisé avec coating	4%
oxyde de zinc micronisé avec coating	2%
benzophénone-3	3%
Octyl Méthoxycinnamate	6%

25

30

B

eau	qsp 100%
glycerine	4%
MgSO4	0.7%

35

C

SEPICIDE®HB

1%

Parfum

0.2%

5

MASCARA

Cette émulsion a été préparée en suivant les étapes a) à d) du mode opératoire décrit ci-dessus pour la crème solaire, la température de chauffage étant d'environ 85°C ; la phase aqueuse ayant été broyée préalablement au chauffage.

10

A

Composition de l'exemple 1

10%

ozokerite

10%

15 cire d'abeille

8%

huile de paraffine

5%

B

eau

qsp 100%

20 PVP

0.2%

propylene glycol

7%

oxyde de fer noir

6%

MgSO<sub>4</sub>

0.7%

SEPICIDE® HB

1%

25

CRÈME BÉBÉ

apaise les érythèmes fessiers (protège la peau de l'irritation liée à l'humidité de la couche et l'alcalinité de l'urine).

30

Cette émulsion a été préparée en suivant le mode opératoire décrit ci-dessus pour la formulation mascara, la température de chauffage étant de 80°C ; la dispersion étant réalisée avec un fort cisaillement.

35

A

	Composition de l'exemple 1	5%
	MONTANE® 80	4%
	cire d'abeille	5%
5	huile de paraffine	20%
	squalane	8%
	SEPICALM® VG	2%
	oxyde de zinc (non micronisé)	15%
	MICROPEARL® M310	2%

10

B

	eau	qsp 100%
	glycérine	5%
	MgSO <sub>4</sub>	0.7%
15	SEPICIDE HB	1%

C. EMULSION EAU-DANS-HUILE-DANS-EAUCOMPOSITION HYDRATANTE

20

Cette émulsion multiple a été préparée selon le mode opératoire suivant :

- a) on chauffe à environ 80°C une composition "A" (phase grasse) contenant une composition à base d'isostéaryl glycoside et d'alcool isostéarylque (produit de l'exemple 1) ;
- b) on chauffe à 80°C une composition "B" (phase aqueuse) ;
- c) on forme une émulsion eau-dans-huile en dispersant la phase aqueuse "B" dans la phase grasse "A" au moyen d'un agitateur de type SILVERSON 4'-4000 rpm ;
- d) on refroidit sous ancre ;
- e) au cours du refroidissement, on ajoute une composition "C" (stabilisant) vers 70°C, et une composition "D" (conservateur, parfum) vers 30°C.

35

A

Composition de l'exemple 1

MONTANOV® 202

isononyl isononanoate

5 SEPILIFT® DPHP

1%

4%

20%

1%

B

eau

qsp 100%

10

C

SIMULGEL® EG

0.5%

D

SEPICIDE® HB

15

SEPICIDE® CI

parfum

0.3%

0.2%

0.2%

## **REVENDICATIONS**

1. Utilisation d'une composition comprenant :
  - 10 à 90 % en poids, et de préférence 10 à 50 % en poids, d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3 ; et
- 5 - 90 à 10 % en poids, et de préférence 90 à 50 % en poids, d'alcool isostéarylique ;  
comme agent améliorant la résistance à l'eau d'une composition cosmétique.
2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition améliorant la résistance à l'eau précitée comprend :
  - 10 - 10 à 25 % en poids d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3 ; et
  - 90 à 75 % en poids, d'alcool isostéarylique.
3. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la composition améliorant la résistance à l'eau précitée, est incorporée à la  
15 composition cosmétique en une quantité comprise entre 0,2 et 10 % en poids, rapportée au poids total de la composition cosmétique.
4. Utilisation selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la composition améliorant la résistance à l'eau précitée, est incorporée à la composition cosmétique en une quantité comprise entre 0,5 et 5 % en poids,  
20 rapportée au poids total de la composition cosmétique.
5. Utilisation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la composition cosmétique précitée se présente sous la forme d'une émulsion eau-dans-huile, d'une émulsion huile-dans-eau, ou d'une émulsion eau-dans-huile-dans-eau.
- 25 6. Procédé pour améliorer la résistance à l'eau d'une composition cosmétique, caractérisée en ce qu'il consiste à ajouter à ladite composition cosmétique, une quantité efficace d'un agent comprenant :
  - 10 à 90 % en poids, et de préférence 10 à 50 % en poids d'un isostéarylglycoside ayant un degré de polymérisation compris entre 1 et 3 et ;
- 30 - 90 à 10 % en poids, et de préférence 90 à 50 % en poids, d'alcool isostéarylique.
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la quantité efficace précitée est comprise entre 0,2 et 10 % en poids, rapportée au poids total de la composition cosmétique.

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement  
national 2791565FA 573372  
FR 9903951

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	EP 0 895 805 A (AGRO IND RES & DEV) 10 février 1999 (1999-02-10) * page 2, ligne 54 - ligne 56 * * page 3, ligne 14 - page 4, ligne 4; revendications 1,3-6,11,14; exemples 8,25 *	1-7
Y	WO 97 18033 A (HENKEL KGAA) 22 mai 1997 (1997-05-22) * page 3, ligne 20 - ligne 22 * * page 4, ligne 6 - ligne 11; revendications 1-6,8 *	1-7
Y	WO 98 22207 A (SEPPIC SA ;AMALRIC CHANTAL (FR); MICHEL NELLY (FR); MILIUS ALAIN ( ) 28 mai 1998 (1998-05-28) * page 2, ligne 4 - ligne 26; revendications 1-5 *	1-7
D,A	WO 92 06778 A (DE PRODUITS POUR LES INDUST SO) 30 avril 1992 (1992-04-30) * le document en entier *	1-7
A	WO 92 07543 A (HENKEL KGAA) 14 mai 1992 (1992-05-14) * page 8, ligne 12 - page 9, ligne 3; revendication 6 *	1-7
A	WO 96 37285 A (SEPPIC SA ;AMALRIC CHANTAL (FR); MICHEL NELLY (FR)) 28 novembre 1996 (1996-11-28) * le document en entier *	1-7
A	FR 2 762 317 A (SEPPIC SA) 23 octobre 1998 (1998-10-23) * le document en entier *	1-7
-/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
23 novembre 1999		Minas, S
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

EPO FORM 1503 (3.82 (P04C13))

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national 2791565

FA 573372  
FR 9903951

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	US 5 631 357 A (WEUTHEN MANFRED ET AL) 20 mai 1997 (1997-05-20) * le document en entier *	1-7
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
23 novembre 1999		Minas, S
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b>		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)